

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-021489

(43)Date of publication of application : 26.01.1999

(51)Int.Cl.

C09D 11/10

(21)Application number : 09-175859

(71)Applicant : FUJITSU LTD

(22)Date of filing : 01.07.1997

(72)Inventor : SAKAI SHINO  
OZAKI MITSUO  
SUZUKI SHIGEHARU  
UEDA HIROO

## (54) INK FOR INKJET PRINTER

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject ink excellent in clogging resistance, injection stability, water resistance, etc., and capable of carrying out printing having brightness and free from bleeding by dispersing fine resin particles colored with a coloring material into an aqueous medium.

SOLUTION: This ink comprises an aqueous dispersion containing (A) an aqueous medium and (B) fine resin particles colored by a coloring material. In the ink, viscosity of ink is kept to  $\leq 20$  cp and the content of the component B is set to  $\leq 30$  wt.% based on total amount of ink and (C) a wetting agent (e.g. glycerol) is added in combination with the component B to ink so that weight ratio of components B/C is (1:0.5) to (1:2). The component B is preferably an ionic group-containing polyester resin, especially preferably a polyester resin having an ionic group in a range of 20-1,000 eq/ton. Excellent printing can be carried out in ink jet printer and excellent image can be provided by using the ink.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.06.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 26.02.2007

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-21489

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月26日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 D 11/10

C 0 9 D 11/10

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平9-175859

(22) 出願日 平成9年(1997) 7月1日

(71) 出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番  
1号

(72) 発明者 境 志野

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番  
1号 富士通株式会社内

(72) 発明者 尾崎 光男

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番  
1号 富士通株式会社内

(74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェットプリンタ用インク

(57) 【要約】

【課題】 水系媒体と、水系媒体中に微分散せしめられた、色材にて着色された微小樹脂粒子とを含む、水系分散体の形をしたインクジェットインクに関し、耐目詰まり性、噴射安定性、耐水性、そして耐光性に優れ、かつ色鮮やかでにじみのない印字を行うことのできるインクを提供することを目的とする。

【解決手段】 インクの粘度を20 c p以下とするとともに、微小樹脂粒子の含有量を、インクの全量を基準にして30重量%以下とし、かつ微小樹脂粒子と組み合わせ、湿潤剤を、樹脂粒子：湿潤剤の比（重量比）が1：0.5～1：2となるような量で存在せしめる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水系媒体と、該水系媒体中に微分散せしめられた、色材にて着色された微小樹脂粒子とを含む、水系分散体の形をしたインクジェットプリンタ用インクであって、

前記インクの粘度を20cP以下とするとともに、前記微小樹脂粒子の含有量を、インクの全量を基準にして30重量%以下とし、かつ前記微小樹脂粒子と組み合わせて、湿潤剤を、樹脂粒子：湿潤剤の比（重量比）が1：0.5～1：2となるような量で存在せしめたことを特徴とするインクジェットプリンタ用インク。

【請求項2】 前記微小樹脂粒子が、20～1000eq／tonの範囲でイオン性基を含有するポリエステル樹脂からなることを特徴とする請求項1に記載のインクジェットプリンタ用インク。

【請求項3】 前記微小樹脂粒子が1.0μm以下の粒子径を有していることを特徴とする請求項1又は2に記載のインクジェットプリンタ用インク。

【請求項4】 前記色材が染料であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載のインクジェットプリンタ用インク。

【請求項5】 前記染料が、前記微小樹脂粒子の重量を基準にして2～20重量%の量で含まれることを特徴とする請求項4に記載のインクジェットプリンタ用インク。

【請求項6】 ノニオン系及び（又は）アニオン系界面活性剤をインクの全量を基準にして0.1～10重量%の量で含有することを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載のインクジェットプリンタ用インク。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はインクに関し、さらに詳しく述べると、特にインクジェット記録において有利に使用することのできる、水系分散体の形をしたインクジェットプリンタ用インクに関する。本発明のインクジェットプリンタ用インクは、インクの分散安定性に優れ、よって、インクジェットプリンタにおいて、耐目詰まり性及び噴射安定性に優れた印字が行え、色鮮やかで、高耐水性及び高耐光性の画像を得ることができる。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、パーソナルコンピュータ、ワードプロセッサ、ファクシミリ装置、複写機などの電子機器に内蔵、あるいは接続される印刷機として、インクジェットプリンタが広く用いられている。インクジェットプリンタの代表的な印字の方式としては、インクを瞬間加熱し、気化させて気泡を発生させ、その圧力で付属のノズルよりインクの液滴を飛翔させるバブルジェット（BJ）方式や、圧電素子（ピエゾ素子）の変形を利用し、その変形力でノズルよりインクの液滴を飛翔させるピエゾ方式などがある。

【0003】 インクジェットプリンタで用いられる印字インク、すなわち、インクジェットインクには、良好な記録を行うため、優れた特性を有することが求められている。要求されている特性の典型は、例えば、粘度、表面張力等の物性値が適正な範囲にあること、インクの分散安定性が高く、よって、記録ヘッドの目詰まりを生じることなく（耐目詰まり性に優れ）かつ優れた噴射安定性のもとで印字が行えること、記録画像の濃度が十分に高いこと、色鮮やかで耐光性、耐水性に優れた画像を与えること、記録紙上でにじみを生じないこと、などである。

【0004】 ところで、従来常用のインクジェットインクは、基本的に染料と、水溶性有機溶剤と、水とから構成されている染料水溶液である。この種の染料インクは、ノズルから飛ばされたインクが記録紙に付着した時、インクが記録紙上ににじむという問題を避けることができず、したがって、記録紙上のインクのドットはノズルからのインク液滴の直径よりも大きくなってしまったり、また、着色成分として使用する染料の性格のため、耐水性、耐光性に関して満足し得る記録物を得ることができない。

【0005】 上記したような染料インクの問題を解決するため、染料に代えて顔料を使用することが実行されている。顔料インクの特徴としては、まず、得られる記録物においてその耐水性及び耐光性が、染料インクの比べて格段に高いことが挙げられる。また、染料インクと比較して、記録物の濃度が高く、にじみの発生も少ない。

【0006】 さらに、染料及び顔料のいずれも着色成分として使用可能なインクジェットプリンタ用インクも提案されている。例えば、特開平7-97540号公報は、染料又は顔料によって着色され、かつ特定のベンゾトリアゾール系の化合物、例えば2-（5-メチル-2-ヒドロキシルフェニル）ベンゾトリアゾールなどを含有し、20～1000eq／tonの範囲でイオン性基を含有するポリエステル粒子を分散質とする水分散体であることを特徴とするインクジェットプリンタ用インクを開示している。この発明によると、耐光性を向上させるために特定のベンゾトリアゾール系の化合物を使用するとともに、高い画像濃度を得るという課題に対して、染色が容易であるポリエステルを着色粒子として使用したので、記録紙上でのインクのにじみをなくし、かつ良好な画像濃度及び耐光性を得ることが可能である。

【0007】 しかし、上記したようなインクジェットプリンタ用インクでは、インク化に当たりポリエステル樹脂の微小粒子を使用しているので、得られるインクの粘度が上がりやすいという問題がある。また、目詰まり防止のために湿潤剤、例えばエチレングリコール、グリセリン、各種多価アルコールなどを添加してもよいと教示しているけれども、かかる湿潤剤を水分散体の0.1～10重量%の量で含ませた場合、インク粘度の大きな上

昇を引き起こすことが予想され、また、したがって、インクの分散安定性及び噴射安定性に大きく影響することが可能である。インク粘度の上昇を抑止するために湿潤剤の含有量を下げることが考えられるけれども、これを不用意に行った場合、ノズルが目詰まってしまう、印字不能となってしまう。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、したがって、上記したような従来技術の問題点を解決して、耐目詰まり性、噴射安定性、耐水性、そして耐光性に優れ、かつ色鮮やかでにじみのない印字を行うことのできるインクジェットプリンタ用インクを提供することにある。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、水系媒体と、該水系媒体中に微分散せしめられた、色材にて着色された微小樹脂粒子とを含む、水系分散体の形をしたインクジェットプリンタ用インクであって、前記インクの粘度を20cp以下とするとともに、前記微小樹脂粒子の含有量を、インクの全量を基準にして30重量%以下とし、かつ前記微小樹脂粒子と組み合わせて、湿潤剤を、樹脂粒子：湿潤剤の比（重量比）が1：0.5～1：2となるような量で存在せしめたことを特徴とするインクジェットプリンタ用インクが提供される。

【0010】本発明では、高い画像濃度を得るという課題に対して、染色が容易である樹脂、特にポリエステル樹脂を微小粒子の形で使用するということで対応している。また、微小な着色ポリエステル樹脂粒子に代表されるかかる微小樹脂粒子は、エマルジョンであるので、記録紙上に付着したときのにじみが少なく、また、樹脂に耐水性があるので、得られる記録物の耐水性も優れている。

#### 【0011】

【発明の実施の形態】本発明によるインクジェットプリンタ用インクは、以下に記載するように、いろいろな好ましい実施形態で具現することができる。しかし、本発明は、以下に記載の実施形態にのみ限定されるものではないことを理解されたい。本発明によるインクジェット\*

樹脂粒子分30重量%（シアン）＋残余水	.....	粘度25cp
樹脂粒子分33重量%（マゼンタ）＋残余水	.....	粘度18cp
樹脂粒子分33重量%（マゼンタ）＋湿潤剤（グリセリン）5重量%＋残余水	.....	粘度26cp

色材にて着色せしめられた後に水系媒体中に分散せしめられるべき微小樹脂粒子は、上記したように天然あるいは合成の樹脂の微小粒子であることができ、いろいろな樹脂の使用可能性を包含している。かかる微小粒子の形成に適当な樹脂は、しかし、すぐれた水分散性を発現させることなどの観点から、イオン性基含有ポリエステル樹脂、特に20～1000eq/tonの範囲でイオン性基を含有するポリエステル樹脂である。また、かかる

\*プリンタ用インクは、水系分散体の形をしていて、水系媒体と、該水系媒体中に微分散せしめられた、色材にて着色された微小樹脂粒子とを含むものである。

【0012】水系媒体は、インクジェットインクの分野で一般的に行われているように、水と水溶性有機溶剤とから構成するのが好ましい。水系媒体の調製に有利に使用される水溶性有機溶剤は、その一例を以下に列挙すると、メタノール、エタノール、n-プロピルアルコール、iso-プロピルアルコール等の1価アルコール、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ヘキシレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール等の2価アルコール、グリセリン等の3価アルコール、ポリエチレングリコール、ポリブチレングリコール等のポリアルキレングリコール、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル等の多価アルコールの低級アルキルエーテルなどを包含する。これらの水溶性有機溶剤のなかで、特に好適に使用することができる有機溶剤は、ジエチレングリコール等の2価アルコールである。これらの有機溶剤は、単独で使用してもよく、あるいは混合して使用してもよい。また、かかる有機溶剤の使用量は、水系媒体中に分散せしめられるべき微小樹脂粒子の種類及び量やその他のファクタに応じて広く変更することができるというものの、通常、水系媒体の全量を基準にして1～20重量%の範囲であるのが有利である。

【0013】水系媒体中には、以下に詳細に説明するように染料、顔料などの色材にて着色された、天然あるいは合成の樹脂の微小粒子が微分散せしめられる。本発明のインクジェットインクでは特に、微小樹脂粒子の含有量を、インクの全量を基準にして30重量%以下とするのが好ましい。これは、微小樹脂粒子の含有量が30重量%を上回った場合、以下に示すように、残余が水であっても、粘度が20cpよりも大きくなることもあり、また、20cpよりも粘度が小さい樹脂粒子の水分散体でも、湿潤剤などを添加すると、その粘度が20cpを越えてしまうからである。

#### 【0014】

樹脂粒子の粒子径は1.0μm以下であることが好ましい。

【0015】本発明の実施において微小樹脂粒子の形成に有利に使用することのできるポリエステル樹脂は、高分子化学の分野において一般的によく知られているようなポリエステル樹脂を包含し、その典型例は、多価カルボン酸類と多価アルコール類の反応生成物である。出発物質として用いられる多価カルボン酸類としては、例え

ば、テレフタル酸、イソフタル酸、スルホテレフタル酸などの芳香族ジカルボン酸、p-オキシ安息香酸などの芳香族オキシカルボン酸、コハク酸、アジピン酸などの脂肪族ジカルボン酸、フマル酸、イタコン酸などの不飽和脂肪族カルボン酸、シクロヘキサンジカルボン酸などの脂環族ジカルボン酸、さらにまた、トリメリット酸、ピロメリット酸などの3価以上の多価カルボン酸を挙げることができる。

【0016】また、多価アルコール類としては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、ポリ  
10 プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリトリールなどの脂肪族多価アルコール類、1, 4-シクロヘキサンジオール、水素化ビスフェノールA、トリシクロデカンジオールなどの脂環族多価アルコール類、パラキシレングリコール、メタキシレングリコール、1, 4-フェニレングリコールなどの芳香族多価アルコール類、その他を挙げることができる。

【0017】ポリエステル樹脂の形成は、常用の重合法を使用して実施することができる。また、その際、必要に応じて、上記した単量体成分の他、その他の単量体成分を追加的に併用してもよい。ポリエステル樹脂中に導  
20 入されるべきイオン性基は、特に限定されないというもの、好ましくは、スルホン酸アルカリ金属塩基又はスルホン酸アンモニウム塩基を有するモノ-又はジカルボン酸、カルボン酸アルカリ金属塩基又はカルボン酸アンモニウム塩基を有する単量体、硫酸基、燐酸基、ホスホン酸基等の酸基単量体もしくはそのアンモニウム塩、金属塩等のアニオン性基単量体、あるいはその第1アミン基、第3アミン基等のカチオン性基単量体、その他である。

【0018】イオン性基の導入もいろいろな手法に従って実施することができる。例えば、カルボン酸アルカリ金属塩基又はカルボン酸アンモニウム塩基を有する単量体を用いてそのイオン性基をポリエステル樹脂中に導入する場合には、ポリエステルの重合の最終段階で、トリ  
メリット酸等の多価カルボン酸を重合系内に導入することにより、生成途中のポリマーの末端にカルボキシ基を付加し、さらにこれをアンモニア、水酸化ナトリウム等で中和することによりカルボン酸塩の基となす方法を使用することができる。

【0019】本発明で用いられるイオン性基含有ポリエステル樹脂において、イオン性基の含有量は、好ましくは、20~1000eq/tonの範囲である。イオン性基の含有量が上記の下限を下回る場合には、満足し得る程度の水分散性が得られないであろう。反対に上記の上限を上回る場合には、イオン性基の含有量が増加したにもかかわらず得られる効果に向上が期待できないであ  
ろう。

【0020】上記したイオン性基含有ポリエステル樹脂及びその他の樹脂の微小粒子は、色材にて着色せしめら

れた状態で使用される。樹脂の着色のための色材としては、染料及び顔料のいずれも使用することができ、さ  
なければ、必要に応じて、染料と顔料を混合して使用してもよい。本発明の実施において、特に、カラーの印字を目的とするような場合には、色が鮮やかとなるので、色材として染料を使用することが好ましい。染料を使用する場合、所望とするインクの色調やその他のファクタ  
10 に応じて、各種の商業的に入手可能な染料、例えば分散染料、油性染料、建築染料、グアット染料、塩基性染料などのなかから適当な染料を選択して使用することができる。本発明のインクのような水系分散体の特徴を生かすためには、特に分散染料や油性染料を使用するのが好ましい。これは、インクをカラーインクジェットプリンタで使用する場合、色再現範囲が広く、かつ高耐水性の印字が可能になるためである。適当な分散染料あ  
るいは油性染料の一例を示すと、C. I. Disperse Yellow 198、C. I. Disperse Red 92、C. I. Disperse Violet 26、C. I. Disperse Blue 60、C. I. Solvent Yellow 162、C. I. Solvent Blue 25、C. I. Solvent Blue 64、C. I. Solvent Black 3、その他を挙げることができる。なお、画像を色鮮やかにするためにかかる染料を使用した場合には、場合によって耐光性が低下する恐れがあるけれども、そのような時には、樹脂中に紫外線吸収剤等を添加することが推奨される。

【0021】色材としての染料及び以下に詳細に説明する顔料は、所望とする結果などに応じていろいろな量で  
30 使用することができる。また、樹脂に対する染料等の色材の比率が高ければ高いほど、インクが記録紙に付着した時の画像濃度が高くなるけれども、通常、微小樹脂粒子の重量を基準にして2~20重量%の量で色材を使用するのが好ましい。色材の量が20重量%を超えると、色材が遊離して、水系分散体の安定性が悪くなったり、記録紙に付着した際の耐水性が著しく悪化する。また、反対に色材の量が2重量%を下回ると、記録紙上の画像濃度が不足し、良好な画質を得ることができない。

【0022】染料で微小樹脂粒子を着色するに当たっては、いろいろな技法を使用することができ、その一例として、例えば、高温分散染色法を挙げることができる。しかし、染料を樹脂に対して直接に練り込む方法は、加熱により染料に対して悪い影響が及ぼされるなどの不都合を考慮した場合、好ましい方法ではない。樹脂として  
40 ポリエステル樹脂を使用し、それに対して高温分散染色法で染料を含有せしめる場合には、本発明で使用されるポリエステル樹脂はイオン性基の作用により水中にて良好かつ安定な分散性を呈することができるので、樹脂の粒子状態を維持したまま高濃度な染色が可能である。また、別法によれば、ポリエステル樹脂を溶剤に溶解して

エマルジョンを調製する時、あわせて染料を添加して着色を行ってもよい。

【0023】本発明によるインクジェットインクでは、顔料を色材として使用して微小樹脂粒子を着色してもよい。例えば、黒色顔料を色材として使用して、得られた顔料インクを黒インクとして使用することもできる。このようなインクを使用すると、にじみのない高品位のモノクロ黒記録を行うことができる。モノクロ黒記録において、インクを構成する水系分散体において有利に使用することのできる黒色顔料は、カーボンブラックである。カーボンブラックの特性は、一般的に、粒子径、表面積、吸油量、揮発分、pH値などで決定され、また、したがって、本発明の実施において有利に使用することのできるカーボンブラックも、それを特性的に規定すると、30nm以下の一次粒径、 $200\text{m}^2/\text{g}$ 以下のBET表面積、80ml/100g以下のDBP吸油量、2.0%以上の揮発分及び7以下のpH値を有しているものである。これは、使用するカーボンブラックの特性が上記した範囲を外れていると、水系分散体中で凝集が起りやすく、分散が不安定となるからである。

【0024】上記したようなカーボンブラックは、通常、商業的に入手可能であり、また、その一例を示すと、三菱化学社製のMA-7、MA-8及びMA-11（商品名）、コロンビアンカーボン社製のRaven 1255、Raven 1250及びRaven 1080 Ultra（商品名）、キャボット社製のMogul-L及びRegal 400R（商品名）、デグサ社製のSpecial Black 550及びPrintex 150T（商品名）などを挙げることができる。これらのカーボンブラックも、単独で使用しても、

あるいは混合して使用してもよい。

【0025】本発明の顔料インクは、上記したような黒インクに代えて、カラーインクとして使用してもよい。カラーインクで使用する顔料は、所望とする色相などによっていろいろに変更することができる。使用可能な顔料の一例を示すと、例えば、不溶性型アゾ系顔料、イソインドリノン系顔料、ベンゾイミダゾロン系顔料、縮合アゾ系顔料などの黄色系顔料、不溶性型アゾ系顔料、キナクリドン系顔料、ペリレン系顔料、ジオキサジン系顔料などの赤色系顔料、フタロシアニン系顔料、インダス

レン系顔料などの青色系顔料を挙げることができる。

【0026】上記の説明から理解されるように、本発明の微小着色樹脂粒子を調製するため、色材としての染料又は顔料を樹脂中に含有せしめ、均一に分散させることが必要である。この色材の分散には、この技術分野において通常用いられている各種の分散手段、例えば、ボールミル、サンドミル、アトライタ、ローミル、ビーズミル、コロイドミル、超音波ホモジナイザ、高圧ホモジナイザなどの商業的に入手可能な各種の分散機を使用することができる。

【0027】上記したような着色樹脂の微小粒子は、本発明のインクジェットインクにおいて使用する場合、0.1 $\mu\text{m}$ 以下の平均粒子径を有していることが好ましい。微小樹脂粒子の粒子径がことさらに大きくなると、水系媒体中に分散せしめた時に分散安定性が悪化し、所望とする水系分散体を得ることができないおそれがある。本発明のインクジェットインクでは、上記したような微小樹脂粒子と組み合わせ、湿潤剤を、樹脂粒子：湿潤剤の比（重量比）が1：0.5～1：2となるような量で存在せしめることが好ましい。適当な湿潤剤としては、例えば、グリセリンや、エチレングリコール、ジエチレングリコールなどの多価アルコールを挙げることもできる。これらの湿潤剤は、単独で使用してもよく、あるいは2種類以上の湿潤剤を混合して使用してもよい。湿潤剤は、その樹脂粒子との重量比が上記した範囲となるような量で使用することが好ましく、もしもその範囲を外れた量で使用すると、満足し得る湿潤効果を得ることができないであろう。

【0028】本発明のインクジェットインクでは、さらに、それをカラーインクとして使用する際に、記録紙上での、隣接した色間におけるインクの流れ出し、いわゆるブリードを防止するため、ノニオン系又はアニオン系界面活性剤を追加的に使用することが好ましく、そのような場合、界面活性剤は、インクの全量を基準にして0.1～10重量%の量で使用するのが好ましい。適当なノニオン系界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ソルビタン、ソルビタン脂肪酸エステルなどを挙げることができ、また、アニオン系界面活性剤としては、例えば、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、硫酸ドデシルナトリウムなどを挙げることができる。これらの界面活性剤は、単独で使用してもよく、あるいは2種類以上の界面活性剤を混合して使用してもよい。界面活性剤は、上記した範囲となるような量で使用することが好ましく、もしもその範囲を外れた量で使用すると、そのブリード防止の効果を得ることができないであろう。

【0029】さらに、本発明のインクジェットインクでは、その粘度が20cP以下であることが好ましい。インクの粘度が20cPを上回ると、インクジェットプリンタのノズルの目詰まりを生じたり、ノズルから吐出させる時に最良の状態でインク液滴を飛翔させることができないであろう。以上、本発明の水系分散体を構成する必須成分について説明したけれども、本発明のインクジェットインクは、この技術分野において一般的に行われているように、必要に応じて任意の添加剤を含有することができる。適当な添加剤の一例として、例えば、pH調整剤あるいは緩衝剤、防錆剤、防腐剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、殺菌剤、防カビ剤、蒸発促進剤、浸透剤、金属イオン封鎖キレート化剤などを挙げることができる。

【0030】本発明のインクジェットインクの調製は、すなわち、微小着色樹脂粒子を水系媒体中に微分散せしめた水系分散体を調製するプロセスは、微小着色樹脂粒子とその他の必要な成分を予め混合して、得られた混合物にさらに水を添加して混合する方法、すべてのインク形成性成分を一括に混合して加熱する方法などに従って実施することができる。また、場合によって微小着色樹脂粒子に加えて粗大着色樹脂粒子（粒子径が1 μmよりも大）が存在するかもしれない可能性がある場合、インク化の際に沈殿が生成するのを回避するため、例えば、調製した水系分散体をポアサイズ0.8 μmのメンブレンフィルタで濾過及び蒸留して、所望とする粒子径の微小着色樹脂粒子を所定の固形分濃度で含有する水分散体を得ることが推奨される。

【0031】本発明の実施において、インクジェットインクを使用して記録が付与されるべき記録媒体は、特に限定されないというものの、好ましくは記録紙である。適当な記録紙の一例を示すと、その製造原料によって多種多様であるけれども、乾式複写機等で広く用いられているいわゆる「普通紙」、再生紙、インクジェット記録専用紙などを挙げることができる。

【0032】本発明によるインクは、特にインクジェット記録方式を利用した記録方法及びプリンタにおいて有利に利用することができる。ここで、利用するインクジェット記録方式の詳細は問題とならないというものの、好ましくは、例えばピエゾ（圧電）方式、バブルジェット（BJ）方式などに基づくインクジェット記録方法及び

\*びプリンタである。

【0033】本発明によれば、したがって、本発明のインクジェットインクを収容した容器を含んでなることを特徴とするインクジェット記録用インクカートリッジ、そして本発明のインクを収容した容器を含むインクカートリッジと、該インクカートリッジの容器からのインクを所望の記録パターンに従って記録媒体上に適用する手段とを含んでなることを特徴とするインクジェットプリンタも提供される。

10 【0034】なお、参考までに記載すると、本発明の実施において、特に着色ポリエステル樹脂の微小粒子の形成は、例えば特開平4-296321号公報に記載の手法に従って実施してもよく、また、かかる微小着色樹脂粒子の水系媒体中における微分散とそれによるインクの調製は、例えば特開平7-97540号公報（先に引用した）及び特開平7-196965号公報に記載の手法に従って実施してもよい。

【0035】

【実施例】引き続き、本発明をその実施例についてさらに詳細に説明する。なお、本発明はこれらの実施例に限定されるものではないことを理解されたい。なお、「部」は、特に断りのある場合を除いて「重量部」を表す。

例1

共重合ポリエステル樹脂（1）の調製：下記の出発物質を用意した。

【0036】

ジメチルテレフタレート	290部
エチレングリコール	109部
ネオペンチルグリコール	180部
2-ジメチルアミノメチル，2-メチル-1，3-プロパンジオール	15部
テトラブトキシシタネート	0.2部

温度計及び攪拌機を装備したオートクレーブに上記の出発物質を記載の量で装填し、エステル交換反応のため、150～220℃の温度で180分間にわたって加熱した。次いで、反応混合物を240℃まで加熱した後、オートクレーブ内の圧力を徐々に低下させて30分後に10 mmHgとし、この圧力の下で60分間にわたって反応を※

※継続した。引き続き、オートクレーブを窒素ガスでバージし、大気圧とした。分子量が3200でありかつイオン性基含有量が150 eq/tonである共重合ポリエステル樹脂（1）が得られた。また、この共重合ポリエステル樹脂（1）は、そのNMR分析の結果、酸成分として

テレフタル酸	100.00モル%
を含有し、かつグリコール成分として	
エチレングリコール	49.7モル%
ネオペンチルグリコール	48.4モル%
2-ジメチルアミノメチル，2-メチル-1，3-プロパンジオール	1.9モル%

を含有することが判明した。

★を用意した。

【0037】

例2

共重合ポリエステル樹脂（2）の調製：下記の出発物質★

ジメチルテレフタレート	130部
ジメチルイソフタレート	56部

11

5ナトリウムスルホイソフタル酸ジメチルエステル  
エチレングリコール  
ネオペンチルグリコール  
テトラブトキシチタネート

12

6部  
159部  
268部  
0.1部

温度計及び攪拌機を装備したオートクレーブに上記の出  
発物質を記載の量で装填し、エステル交換反応のため、  
180～230℃の温度で120分間にわたって加熱し  
た。次いで、反応混合物を240℃まで加熱した後、オ  
ートクレーブ内の圧力を1～10mmHgとし、この圧力の  
下で60分間にわたって反応を継続した。引き続いて、  
オートクレーブを窒素ガスでパージし、大気圧とした。  
分子量が3200でありかつイオン性基含有量が150  
eq／tonである共重合ポリエステル樹脂(2)が得\*

共重合ポリエステル樹脂(1)又は(2)	100部
黄色染料(C.I. Solvent Yellow 162)	15部
メチルエチルケトン	175部
テトラヒドロフラン	175部

を入念に混合して溶解した。次いで、得られた溶液に6  
00部の水を添加し、さらに混合を継続した。得られた  
混合物をボアサイズ0.8μmのメンブレンフィルタで  
濾過し、さらに蒸留した。固形分濃度40重量%の微小  
樹脂粒子の水分散体が得られた。この水分散体中に微分  
散せしめられている微小樹脂粒子は、約0.7μmの粒  
子径を有する、黄色に着色したポリエステル樹脂の微小  
粒子であった。なお、このようにして得られた微小樹脂  
粒子は、以下、その原料ポリエステル樹脂及び染料の色  
調に応じて、微小樹脂粒子(Y1)又は(Y2)と記す※

色材として使用した染料	得られた微小樹脂粒子
マゼンタ染料(C.I. Disperse Red 92)	M1及びM2
シアン染料(C.I. Solvent Blue 64)	C1及びC2
黒色染料(C.I. Solvent Black 3)	B1及びB2

## 例5

インクジェットインクの調製：前記例3で調製した微小  
樹脂粒子(Y1)の水分散体を使用して、本発明のイン  
クジェットインクを調製した。

【0040】微小樹脂粒子(Y1)の水分散体を湿潤剤★

\*られた。

## 例3

微小樹脂粒子(Y1)及び(Y2)の調製：前記例1及  
び例2で調製した共重合ポリエステル樹脂(1)及び  
(2)を使用して、本発明のインクジェットインクの調  
製に使用する着色ポリエステル樹脂の微小粒子(微小樹  
脂粒子)を調製した。

【0038】下記の成分：

※ことにする。

## 例4

その他の色調の微小樹脂粒子の調製：前記例3に記載の  
手法を繰り返した。しかし、本例では、黄色以外の色調  
の微小樹脂粒子を調製するため、色材として、黄色染料  
(C.I. Solvent Yellow 162)に代えて下記の表に記載の  
染料を同量で使用した。下記の表に略語で例示する微小  
樹脂粒子が得られた。

【0039】

★としてのグリセリンと、水分散体中の樹脂粒子分とグリ  
セリンの混合比(重量%)が下記の表に記載のようにな  
るように混合条件を調整して混合し、インク化を行っ  
た。得られたインク1～10の粘度を測定したところ、  
同じく下記の表に記載のような結果が得られた。

インク	樹脂粒子分／グリセリン	得られたインクの粘度
1	15重量％／5重量％	3cp
2	15重量％／10重量％	4cp
3	15重量％／20重量％	5cp
4	15重量％／30重量％	12cp
5	15重量％／45重量％	22cp
6	30重量％／5重量％	10cp
7	30重量％／10重量％	12cp
8	30重量％／15重量％	15cp
9	30重量％／25重量％	20cp
10	30重量％／30重量％	27cp

インク番号は、比較例である。

## 例6

インクジェットインクの評価：前記例5で調製したイン

クジェットインク1～10のそれぞれを下記の4項目に  
関して記載のような評価基準に従って評価した。



## (1) 分散安定性

それぞれのインクジェットインクを、その調製後、室温で3ヶ月間にわたって放置した。沈殿生成の有無を目視により観察し、その観察結果に基づき分散安定性の良否を判定した。

## 【0041】

○…沈殿生成が確認されず  
×…沈殿生成が確認された

## (2) 粒子径

それぞれのインクジェットインク中に含まれる微小樹脂粒子の平均粒子径をコールタ社製の粒径測定装置で測定した。1. 0  $\mu\text{m}$ 以上の粒子径を有する粒子の有無を判定した。

## 【0042】

○…1. 0  $\mu\text{m}$ 以上の粒子径を有する粒子が確認されず  
×…1. 0  $\mu\text{m}$ 以上の粒子径を有する粒子が確認された

## (3) 目詰まり防止性

それぞれのインクジェットインクをインクカートリッジに入れ、インクジェットプリンタ (MJ-800C、エプソン社製) に搭載した。プリンタのノズルにインクを\*20

\*充填した後、そのままの状態常温で放置した。1ヶ月間の放置が完了した後、バックアップによりプリンタが復旧するか否かを調べ、その結果から目詰まり防止性の良否を判定した。

## 【0043】

○…バックアップにより復旧した  
×…バックアップにより復旧せず

## (4) 噴射安定性

それぞれのインクジェットインクをインクカートリッジに入れ、インクジェットプリンタ (MJ-800C、エプソン社製) に搭載した。電子写真複写機用の普通紙 (A4サイズ) を記録媒体として使用して、この記録媒体に対して連続印字記録を行った。10枚の連続印字が可能であるか否かを調べ、その結果から噴射安定性の良否を判定した。

## 【0044】

○…10枚以上の連続印字枚数が可能  
×…連続印字可能な枚数は10枚未満  
上記した評価試験で得られた結果を次の第1表に示す。

第1表

インク	分散安定性	粒子径	耐目詰まり性	噴射安定性
1	○	○	×	×
2	○	○	○	○
3	○	○	○	○
4	○	○	○	○
5	×	×	○	×
6	○	○	×	×
7	○	○	×	×
8	○	○	○	○
9	○	○	○	○
10	×	×	○	×

上記第1表に記載の評価結果から、インクの粘度が20 c pを超えた場合には、分散安定性が悪化し、沈殿が生成したこと、湿潤剤としてのグリセリンの樹脂粒子分に対する比率が0.5よりも小さくなった場合には、ノズルの目詰まりを生じたこと、また、沈殿が生成したものや目詰まりを生じたものでは、インクジェットプリンタによる印字においても不具合が生じ、印字不可となったこと、が明らかである。

【0045】引き続き、前記例3で調製した微小樹脂粒子Y2ならびに前記例4で調製した微小樹脂粒子M1、M2、C1、C2、B1及びB2のそれぞれを使用して、前記例5と同様にしてインクジェットインクを調製した。それぞれのインクの特性を上記と同様にして評価したところ、本発明の範囲に含まれるインクは、いずれも満足し得る結果を示した。また、本発明によるイン

クジェットインクを組み合わせ使用して連続カラー印字を行ったところ、高品位のカラー記録を得ることができた。

## 【0046】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明によれば、インクの粘度を20 c p以下とするとともに、微小樹脂粒子の含有量を、インクの全量を基準にして30重量%以下とし、かつ微小樹脂粒子と組み合わせ、湿潤剤を、樹脂粒子：湿潤剤の比（重量比）が1：0.5～1：2となるような量で存在せしめたので、インクの分散安定性を顕著に高めることができ、よって、インクジェットプリンタにおいて、耐目詰まり性及び噴射安定性に優れた印字を行うことができ、また、色鮮やかでにじみがなく、耐水性及び耐光性に優れた画像を得ることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 重治  
神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番  
1号 富士通株式会社内

(72)発明者 上田 裕男  
神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番  
1号 富士通株式会社内